

31993L0073

L 231/34

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

14.9.1993.

KOMISIJAS PIEKTĀ DIREKTĪVA 93/73/EEK**(1993. gada 9. septembris)****par tādu analīžu metodēm, kas vajadzīgas, lai pārbaudītu kosmētikas līdzekļu sastāvu**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar atzi-
numu, ko sniegusi komiteja, kas izveidota saskaņā ar Direktīvu
76/768/EEK, lai analīzes metodes pielāgotu tehnikas attīstībai,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

IR PIENĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

ņemot vērā Padomes 1976. gada 27. jūlija Direktīvu
76/768/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā
uz kosmētikas līdzekļiem ⁽¹⁾, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar
Direktīvu 93/35/EEK ⁽²⁾, un īpaši tās 8. panta 1. punktu,

1. pants

Dalībvalstis veic visus pasākumus, kas vajadzīgi, lai nodrošinātu
to, ka kosmētikas līdzekļu oficiālajā testēšanā:

tā kā Direktīvā 76/768/EEK ir paredzēta oficiāla kosmētikas
līdzekļu testēšana, kuras mērķis ir nodrošināt to Kopienas
noteikumos izklāstīto nosacījumu ievērošanu, kas attiecas uz
kosmētikas līdzekļu sastāvu;

— pierāda un nosaka sudraba nitrātu,

— pierāda un nosaka selēna disulfīdu pretblaugznu šampūnos,

tā kā iespējami īsā laikā būtu jāparedz visas vajadzīgās analīžu
metodes; tā kā četri pasākumi jau ir paredzēti ar Komisijas
Direktīvā 80/1335/EEK ⁽³⁾, kas grozīta ar Direktīvu
87/143/EEK ⁽⁴⁾, Komisijas Direktīvu 82/434/EEK ⁽⁵⁾, kas grozīta
ar Direktīvu 90/207/EEK ⁽⁶⁾ un Komisijas Direktīvām
83/514/EEK ⁽⁷⁾ un 85/490/EEK ⁽⁸⁾; tā kā sudraba nitrāta pierā-
dīšana un noteikšana, selēna disulfīda pierādīšana un noteik-
šana pretblaugznu šampūnos, šķīstošā bārija un šķīstošā stron-
cija noteikšana pigmentos sāļu un laku formā, benzilspirta
pierādīšana un noteikšana, cirkonija pierādīšana un cirkonija,
alumīnija un hlora noteikšana pretsviedru līdzekļos, kas nav
aerosola formā, un heksamidīna, dibromheksamidīna, dibrom-
propamidīna un hlorheksidīna pierādīšana un noteikšana ir
piektais pasākums;

— nosaka šķīstošo bāriju un šķīstošo stronciju pigmentos sāļu
un laku formā,

— pierāda un nosaka benzilspirtu,

— pierāda cirkoniju, kā arī pretsviedru līdzekļos, kas nav
aerosola formā, nosaka cirkoniju, alumīniju un hloru,⁽¹⁾ OV L 262, 27.9.1976, 169. lpp.⁽²⁾ OV L 151, 23.6.1993, 32. lpp.⁽³⁾ OV L 383, 31.12.1980, 27. lpp.⁽⁴⁾ OV L 57, 27.2.1987, 56. lpp.⁽⁵⁾ OV L 185, 30.6.1982, 1. lpp.⁽⁶⁾ OV L 108, 28.4.1990, 92. lpp.⁽⁷⁾ OV L 291, 24.10.1983, 9. lpp.⁽⁸⁾ OV L 295, 7.11.1985, 30. lpp.— pierāda un nosaka heksamidīnu, dibromheksamidīnu, di-
brompropamidīnu un hlorheksidīnu

saskaņā ar pielikumā aprakstītajām metodēm.

2. pants

1. Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvie vai administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai vēlākais līdz 1994. gada 30. septembrim izpildītu šīs direktīvas prasības. Par to dalībvalstis tūlīt informē Komisiju.

Kad dalībvalstis pieņem šos noteikumus, tajos ietver atsauci uz šo direktīvu vai arī atsauci pievieno noteikumu oficiālai publikācijai. Šādas atsauces pievienošanas kārtību nosaka dalībvalstis.

2. Dalībvalstis dara Komisijai zināmus savus tiesību aktu noteikumus, ko tās pieņem jomā, uz kuru attiecas šī direktīva.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm

Briselē, 1993. gada 9. septembrī

Komisijas vārdā —
Komisijas locekle
Christiane SCRIVENER

PIELIKUMS

SUDRABA NITRĀTA PIERĀDĪŠANA UN NOTEIKŠANA KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻOS

A. Pierādīšana

1. *Piemērošanas joma un nozare*

Šī metode ir paredzēta, lai pierādītu sudraba nitrātu kā sudrabu kosmētikas līdzekļos uz ūdens bāzes.
2. *Princips*

Sudrabu pierāda raksturīgas baltas nogulsnes, kas veidojas ar hlorīda joniem.
3. *Reaģenti*

Visiem reaģentiem jābūt analītiski tīriem.
- 3.1. Sālsskābes šķīdums, 2 M
- 3.2. Amonjaka šķīdums: koncentrētu amonija hidroksīda šķīdumu ($d_{20} = 0,88$ g/ml) atšķaida ar tādu pašu daudzumu ūdens un sajauc.
- 3.3. Slāpekļskābes šķīdums, 2 M
4. *Aprīkojums*
- 4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums
- 4.2. Centrifūga
5. *Procedūra*
- 5.1. Apmēram 1 gramam parauga centrifūgas mēģenē pa pilienam pievieno 2 M sālsskābes šķīdumu (3.1.), līdz beidzas izgulsnēšanās; sajauc un centrifugē.
- 5.2. Nolej centrifugātu un nogulsnes vienreiz skalo ar pieciem pilieniem auksta ūdens. Nolej mazgājumus.
- 5.3. Centrifūgas mēģenē nogulsnēm pielej nedaudz ūdens. Karsē līdz viršanai un maisa.
- 5.4. Centrifugē karstu; nolej centrifugātu.
- 5.5. Nogulsnēm pievieno dažus pilienus amonjaka šķīduma (3.2.); sajauc un centrifugē.
- 5.6. Vienam pilienam centrifugāta uz priekšmetstikliņa pievieno dažus pilienus 2 M slāpekļskābes šķīduma (3.3.).
- 5.7. Baltas nogulsnes liecina par sudraba klātbūtni.

B. Noteikšana

1. *Piemērošanas joma un nozare*

Šī metode ir piemērota sudraba nitrāta kā sudraba noteikšanai kosmētikas līdzekļos, kas paredzēti skropstu vai uzacu krāsošanai.
2. *Princips*

Sudrabu produktā nosaka, veicot atomu absorbcijas spektrometriju.
3. *Reaģenti*

Visiem reaģentiem jābūt analītiski tīriem.
- 3.1. Slāpekļskābes šķīdums, 0,02 M
- 3.2. Sudraba standartšķīdumi
- 3.2.1. Rezerves sudraba standartšķīdums, 1 000 µg/ml 0,5 M slāpekļskābes šķīdumā ("Spectrosol" vai līdzvērtīgā)

3.2.2. Sudraba standartšķīdums, 100 µg/ml: ar pipeti 10 ml sudraba standartšķīduma (3.2.1.) pārnes uz 100 ml mērkolbu. Uzpilda līdz atzīmei ar 0,02 M slāpekļskābes šķīdumu (3.1.) un sajauc. Šim standartšķīdumam vajadzētu būt svaigam, un tas būtu jāglabā tumšā stikla pudelē.

4. Aprīkojums

4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums

4.2. Atomu absorbcijas spektrofotometrs, kas aprīkots ar doba sudraba katoda lampu

5. Procedūra

5.1. Parauga sagatavošana

Precīzi nosver aptuveni 0,1 g (m gramu) vienmērīga produkta parauga. Kvantitatīvi pārnes uz viena litra mērkolbu, uzpilda līdz atzīmei ar 0,02 M slāpekļskābes šķīdumu (3.1.) un sajauc.

5.2. Atomu absorbcijas spektrometrijas apstākļi

Liesma: gaisa-acetilēna

Viļņu garums: 338,3 nm

Fona korekcija: vajadzīga

Degšanas apstākļi: nabadzīga liesma; maksimālai absorbcijai - optimāls degļa garums un degšanas apstākļi.

5.3. Kalibrēšana

5.3.1. Ar pipeti vairākās 100 ml mērkolbās iepilda attiecīgi 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, un 5,0 ml sudraba standartšķīduma (3.2.2.). Katru kolbu uzpilda līdz atzīmei ar 0,02 M slāpekļskābes šķīdumu (3.1.) un sajauc. Šie šķīdumi satur attiecīgi 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 un 5,0 mg sudraba uz mililitru.

5.3.2. Izmēra 0,02 M slāpekļskābes šķīduma (3.1.) absorbciju un iegūto vērtību kalibrēšanas līknē izmanto kā sudraba nulles koncentrāciju. Izmēra katra sudraba kalibrēšanas standarta (5.3.1.) absorbciju. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, attiecinot absorbcijas vērtības pret sudraba koncentrāciju.

5.4. Noteikšana

Izmēra paraugšķīduma (5.1.) absorbciju. No kalibrēšanas līknes nolasa sudraba koncentrāciju, kas atbilst paraugšķīduma absorbcijas vērtībai.

6. Aprēķins

Aprēķina sudraba nitrāta saturu paraugā masas procentos (% m/m) pēc formulas:

$$\% \text{ (m/m) sudraba nitrāta} = \frac{1,5748 \times c}{10 \times m},$$

kur:

m = analizējamā parauga (5.1.) masa gramos;

un

c = sudraba koncentrācija paraugšķīdumā (5.1.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes.

7. Atkārtojamība (*)

No viena parauga ar 4 % (m/m) sudraba nitrāta saturu divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,05 % (m/m).

SELĒNA DISULFĪDA PIERĀDĪŠANA UN NOTEIKŠANA PRETBLAUGZNU ŠAMPŪNOS

A. Pierādīšana

1. Piemērošanas joma un nozare

Šī metode paredzēta selēna disulfīda kā selēna pierādīšanai pretblaugznu šampūnos.

2. Princips

Selēnu pierāda raksturīga dzeltenīgi - oranža krāsa, kas rodas, reaģējot ar urīnvielu un kālija jodīdu.

(*) ISO 5725.

3. *Reāģenti*

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem.
- 3.1. Koncentrēta ($d_{20} = 1,42$ g/ml) slāpekļskābe
- 3.2. Urīnviela
- 3.3. Kālija jodīda šķīdums, 10 % (m/v): 100 ml ūdens izšķīdina 10 g kālija jodīda.
4. *Aprīkojums*
- 4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums
- 4.2. Reakcijas kamera, kuras tilpums ir 100 ml
- 4.3. Reaktors ar apsildīšanas bloku
- 4.4. Filtrpapīrs (Vatmans Nr. 42 vai līdzvērtīgs) vai 0,45 μ m membrānfiltrs
5. *Procedūra*
- 5.1. Reakcijas kamerā (4.2.) aptuveni 1 g šampūna pievieno 2,5 ml koncentrētas slāpekļskābes (3.1.) un ļauj reaģēt 30 minūtes aptuveni 150° C reaktorā ar apsildīšanas bloku.
- 5.2. Izreaģējušo paraugu atšķaida līdz 25 ml ar ūdeni un izfiltrē caur filtrpapīru vai 0,45 μ m membrānfiltru (4.4.).
- 5.3. Filtrāta daudzumam, kas vienāds ar 2,5 ml, pievieno 5 ml ūdens, 2,5 g urīnvielas (3.2.) un vāra. Atdzesē un pievieno 1 ml kālija jodīda šķīduma (3.3.).
- 5.4. Dzeltēni oranža krāsa, kas strauji kļūst tumšāka, liecina par selēna klātbūtni.

B. Noteikšana

1. *Piemērošanas joma un nozare*

Šī metode ir piemērota selēna disulfīda kā selēna noteikšanai pretblaugznu šampūnos, kuros selēna disulfīda saturs ir līdz 4,5 % (m/m).
2. *Princips*

Paraugam ļauj reaģēt ar slāpekļskābi un reakcijas produktā selēnu nosaka, veicot atomu absorbcijas spektrometriju.
3. *Reāģenti*

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem.
- 3.1. Koncentrēta ($d_{20} = 1,42$ g/ml) slāpekļskābe
- 3.2. Slāpekļskābes šķīdums, 5 % (v/v): 500 ml ūdens vārglāzē, nepārtaukti maisot, pievieno 50 ml koncentrētas slāpekļskābes (3.1.). Šo šķīdumu pārnes uz vienlitra mērkolbu un uzpilda līdz atzīmei.
- 3.3. Selēna rezerves standartsķīdums, 1 000 μ g/ml 0,5 M slāpekļskābes šķīdumā ("SpectrosoL" vai līdzvērtīgā)
4. *Aprīkojums*
- 4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums
- 4.2. Reakcijas kamera, kuras tilpums ir 100 ml
- 4.3. Reaktors ar apsildīšanas bloku
- 4.4. Filtrpapīrs (Vatmans Nr. 42 vai līdzvērtīgs) vai 0,45 μ m membrānfiltrs
- 4.5. Atomu absorbcijas spektrofotometrs, kas aprīkots ar doba selēna katoda lampu

5. *Procedūra*
- 5.1. *Parauga sagatavošana*
- 5.1.1. Reakcijas kamerā (4.2.) precīzi iesver aptuveni 0,2 g (m gramus) homogēna šampūna parauga.
- 5.1.2. Pievieno 5 ml koncentrētas slāpekļskābes (3.1.) un ļauj 150 C temperatūrā reaģēt vienu stundu reaktorā ar apsildīšanas bloku (4.3.).
- 5.1.3. Šķīdumam ļauj atdzist un atšķaida līdz 100 ml ar ūdeni. Izfiltrē caur filtrpapīru vai 0,45 µm membrānfiltru (4.4.) un izfiltrēto šķīdumu saglabā noteikšanai.
- 5.2. *Atomu absorbcijas spektrometrijas apstākļi*
- Liesma: gaisa-acetilēna
- Viļņu garums: 196,0 nm
- Fona korekcija: vajadzīga
- Degšanas apstākļi: nabadzīga liesma; maksimālai absorbcijai - optimāls degļa garums un degšanas apstākļi.
- 5.3. *Kalibrēšana*
- 5.3.1. Ar pipeti vairākās 100 ml mērkolbās iepilda attiecīgi 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, un 5,0 ml selēna standartšķīduma (3.3.). Katru kolbu uzpilda līdz atzīmei ar 5 % (v/v) slāpekļskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc. Šie šķīdumi satur attiecīgi 10, 20, 30, 40 un 50 µg selēna uz mililitru.
- 5.3.2. Izmēra 5 % slāpekļskābes šķīduma (3.2.) absorbciju un iegūto vērtību kalibrēšanas līknē izmanto kā selēna nulles koncentrāciju. Izmēra katra selēna kalibrēšanas standarta (5.3.1.) absorbciju. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, attiecinot absorbcijas vērtības pret selēna koncentrāciju.
- 5.4. *Noteikšana*
- Izmēra paraugšķīduma (5.1.3.) absorbciju. No kalibrēšanas līknes nolasa selēna koncentrāciju, kas atbilst parauga šķīduma absorbcijas vērtībai.
6. *Aprēķins*
- Aprēķina selēna disulfīda saturu paraugā masas procentos (% m/m), izmantojot formulu:

$$\% \text{ (m/m) selēna disulfīda} = \frac{1,812 \times c}{100 \times m},$$

kur:

m = analizējamā parauga (5.1.1.) masa gramos;

un

c = selēna koncentrācija paraugšķīdumā (5.1.3.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes.

7. *Atkārtojamība* (1)

No viena parauga ar 1 % (m/m) selēna disulfīda saturu divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,05 % (m/m).

ŠĶĪSTOŠĀ BĀRIJA UN STRONCIJA NOTEIKŠANA PIGMENTOS, KAS IR SĀĻU UN LAKU FORMĀ

A. Šķīstošā bārija noteikšana

1. *Piemērošanas joma un nozare*
- Šī metode ir paredzēta šķīstošā bārija ekstrakcijai un noteikšanai pigmentos sāļu un laku formā.
2. *Princips*
- Pigmentu ekstrahē ar 0,07 M sālsskābes šķīdumu noteiktos apstākļos un bārija daudzumu ekstraktā nosaka, veicot atomu absorbcijas spektrometriju.

(1) ISO 5725.

3. Reagenti

Visiem reagentiem jābūt analītiski tīriem.

3.1. Absolūtais etanols

3.2. Sālsskābes šķīdums, 0,07 M

3.3. Sālsskābes šķīdums, 0,5 M

3.4. Kālija hlorīda 8 % (m/v) šķīdums: 16 g kālija hlorīda izšķīdina 200 ml 0,07 M sālsskābes šķīdumā (3.2.).

3.5. Bārija standartšķīdumi

3.5.1. Bārija rezerves standartšķīdums, 1 000 µg/ml 0,5 M slāpekļskābes šķīdumā ("Spectrosol" vai līdzvērtīgā)

3.5.2. Bārija standartšķīdums, 100 µg/ml: ar pipeti 20,0 ml bārija standartšķīduma (3.5.1.) pārnes uz 100 ml mērkolbu. Uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M slāpekļskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc.

4. Aprīkojums

4.1. Laboratorijas standartaprīkojums

4.2. pH metrs ar ± 0,02 vienību precizitāti

4.3. Mehāniskais kratītājs

4.4. Membrānfiltrs, kura poru lielums ir 0,45 µm

4.5. Atomu absorbcijas spektrofotometrs, kas aprīkots ar doba bārija katoda lampu

5. Procedūra

5.1. Parauga sagatavošana

5.1.1. Koniskā kolbā precīzi iesver aptuveni 0,5 g (m gramus) pigmenta. Lai nodrošinātu pietiekamu tilpumu efektīvai kratišanai, nelieto kolbas, kuru tilpums ir mazāks par 150 ml.

5.1.2. Ar pipetes palīdzību pievieno 1,0 ml etanola (3.1.) un pagroza kolbu tā, lai pigments pilnīgi sasalpinās. No biretes pievieno precīzi tādu daudzumu 0,07 M sālsskābes šķīduma (3.2.), kas vajadzīgs, lai skābes tilpuma attiecība pret pigmenta masu ir precīzi 50 mililitri uz gramu. Kopējais ekstrahējošās vielas un etanola tilpums ir V ml. Kolbas saturu krata piecas sekundes, lai nodrošinātu, ka sastāvdaļas labi sajaucas.

5.1.3. Ar pH metru (4.2.) izmēra iegūtās suspensijas pH, un, ja tas ir virs 1,5, pa pilienam pievieno 0,5 M sālsskābes šķīdumu (3.3.), līdz sasniedz pH līmeni no 1,4 līdz 1,5.

5.1.4. Kolbu noslēdz un 60 minūtes krata ar mehānisko kratītāju (4.3.). Kratītājs jādarbina pietiekami ātri, lai rastos putas. Izfiltrē caur 0,45 mm membrānfiltru (4.4.) un savāc filtrātu. Ekstraktu necentrifugē pirms filtrēšanas. Ar pipeti 5,0 ml filtrāta pārnes uz 50 ml mērkolbu; uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M sālsskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc. Šo šķīdumu lieto arī stroncija noteikšanai (B daļa).

5.1.5. Ar pipeti 5,0 ml kālija hlorīda šķīduma (3.4.) un atšķaidītā filtrāta (5.1.4.) alikvoto daļu (W_{Ba} , ml) pārnes uz 100 ml mērkolbu, lai nodrošinātu koncentrāciju no 3 līdz 10 µg bārija uz mililitru. (Sākumam būtu piemērota 10 ml alikvotā daļa.) Uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M sālsskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc.

5.1.6. Tajā pašā dienā, veicot atomu absorbcijas spektrometriju, nosaka bārija koncentrāciju šķīdumā (5.1.5.).

5.2. Atomu absorbcijas spektrometrijas apstākļi

Liesma: gaisa-acetilēna

Vilņu garums: 553,5 nm

Fona korekcija: vajadzīga

Degšanas apstākļi: nabadzīga liesma; maksimālai absorbcijai - optimāls degļa garums un degšanas apstākļi.

- 5.3. Kalibrēšana
- 5.3.1. Ar pipeti vairākās 100 ml mērkolbās iepilda attiecīgi 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, un 5,0 ml bārija standarta šķīduma (3.5.2.). Uz katru kolbu ar pipeti pārnes 5,0 ml kālija hlorīda šķīduma (3.4.); uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M sālskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc. Šie šķīdumi satur attiecīgi 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 un 10,0 mg bārija uz mililitru.
- Līdzīgi sagatavo tukšu šķīdumu, bez bārija standarta šķīduma.
- 5.3.2. Izmēra tukšā šķīduma (5.3.1.) absorbciju un iegūto vērtību kalibrēšanas līknē izmanto kā bārija nulles koncentrāciju. Izmēra katra bārija kalibrēšanas standarta (5.3.1.) absorbciju. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, attiecinot absorbcijas vērtības pret bārija koncentrāciju.
- 5.4. Noteikšana
- Izmēra parauga šķīduma (5.1.5.) absorbciju. No kalibrēšanas līknes nolasa bārija koncentrāciju, kas atbilst parauga šķīduma absorbcijas vērtībai.
6. Aprēķins
- Šķīstošā bārija saturu (% m/m) pigmentā izsaka pēc formulas:

$$\% \text{ (m/m) šķīstošā bārija} = \frac{c \times V}{10W_{Ba} \times m}$$

kur:

m = analizējamā parauga (5.1.1.) masa gramos;

c = šķīstošā bārija koncentrācija parauga šķīdumā (5.1.5.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes.

V = ekstrahējošās vielas kopējais tilpums mililitros (5.1.2.);

un

W_{Ba} = ekstrakta tilpums mililitros (5.1.5.)

7. Atkārtojamība

Labākā šīs metodes atkārtojamības prognoze (ISO 5725), ja šķīstošā bārija saturs ir 2 % (m/m), ir 0,3 %.

8. Piezīmes

- 8.1. Konkrētos apstākļos bārija absorbciju var uzlabot ar kalciju. To var neitralizēt, pievienojot magnija jonus koncentrācijā 5 g uz litru (¹).
- 8.2. Induktīvi savienotas plazmas-optiskās emisijas spektrofotometrija ir pieļaujama liesmas atomu absorbcijas spektrometrijas alternatīva.

B. Šķīstošā stroncija noteikšana

1. Piemērošanas joma un nozare

Šī metode ir paredzēta šķīstošā stroncija ekstrahēšanai un tā noteikšanai pigmentos, kas ir sāļu un laku formā.

2. Princips

Pigmentu ekstrahē ar 0,07 M sālskābes šķīdumu noteiktos apstākļos, un stroncija daudzumu ekstraktā kvantitatīvi nosaka, veicot atomu absorbcijas spektrometriju.

3. Reaģenti

Visiem reaģentiem jābūt analītiski tīriem.

3.1. Absolūtais etanols

3.2. Sālskābes šķīdums, 0,07 M

3.3. Kālija hlorīda 8 % (m/v) šķīdums: 16 g kālija hlorīda izšķīdina 200 ml 0,07 M sālskābes šķīdumā (3.2.).

(¹) "Magnesium as modifier for the determination of barium by flame atomic emission spectrometry". Jerrow, M. et al., Analytical Proceedings, 1991, 28, 40.

- 3.4. Stroncija standartsķīdums
- 3.4.1. Stroncija rezerves standartsķīdums, 1 000 µg/ml 0,5 M slāpekļskābes šķīdumā ("Spectrosol" vai līdzvērtīgā)
- 3.4.2. Stroncija standartsķīdums, 100 µg/ml: ar pipeti 10,0 ml stroncija rezerves standartsķīduma (3.4.1.) pārnes uz 100 ml mērkolbu. Uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M sālskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc.
4. *Aprīkojums*
- 4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums
- 4.2. Membrānfiltrs, kura poru lielums ir 0,45 µm
- 4.3. Atomu absorbcijas spektrofotometrs, kas aprīkots ar doba stroncija katoda lampu
5. *Procedūra*
- 5.1. Parauga sagatavošana
- Šķīdumu, kas sagatavots saskaņā ar A.5.1.4., izmanto šķīstošā stroncija satura noteikšanai.
- 5.1.1. Ar pipeti pārnes 5,0 ml kālija hlorīda šķīduma (3.3.) un alikvoto daļu (W_{sr} ml) atšķaidītā filtrāta (A.5.1.4.) uz 100 ml mērkolbu, nodrošinot koncentrāciju no 2 līdz 5 mg stroncija uz mililitru. (Sākumam būtu piemērota 25 ml alikvotā daļa.) Uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M sālskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc.
- 5.1.2. Tajā pašā dienā, veicot atomu absorbcijas spektrometriju, nosaka stroncija koncentrāciju šķīdumā (5.1.1.).
- 5.2. Atomu absorbcijas spektrometrijas apstākļi
- Liesma: slāpekļa oksīda-/acetilēna-
- Vilņu garums: 460,7 nm
- Fona korekcija: nav vajadzīga
- Degšanas apstākļi: nabadzīga liesma; maksimālai absorbcijai - optimāls degļa garums un degšanas apstākļi.
- 5.3. Kalibrēšana
- 5.3.1. Ar pipeti vairākās 100 ml mērkolbās iepilda attiecīgi 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, un 5,0 ml stroncija standartsķīduma (3.4.2.). Uz katru kolbu ar pipeti pārnes 5,0 ml kālija hlorīda šķīduma (3.3.); uzpilda līdz atzīmei ar 0,07 M sālskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc. Šie šķīdumi satur attiecīgi 1,0, 2,0, 4,0, un 5,0 µg stroncija uz mililitru.
- Līdzīgi sagatavo tukšo šķīdumu bez stroncija standartsķīduma.
- 5.3.2. Izmēra tukšā šķīduma (5.3.1.) absorbciju, un iegūto vērtību kalibrēšanas līknē izmanto kā stroncija nulles koncentrāciju. Izmēra katra stroncija kalibrēšanas standarta (5.3.1.) absorbciju. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, attiecinot absorbcijas maksimuma vērtības pret stroncija koncentrāciju.
- 5.4. Noteikšana
- Izmēra paraugšķīduma (5.1.1.) absorbciju. No kalibrēšanas līknes nolasa stroncija koncentrāciju, kas atbilst parauga šķīduma absorbcijas vērtībai.
6. *Aprēķins*
- Šķīstošā stroncija saturu (% m/m) pigmentā aprēķina pēc formulas:
- $$\% \text{ (m/m) šķīstošā stroncija} = \frac{c \times V}{10W_{sr} \times m}$$
- kur:
- m = analizējamā parauga (A.5.1.1.) masa gramos;
- c = šķīstošā stroncija koncentrācija paraugšķīdumā (5.1.1.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes;
- V = ekstrahējošās vielas kopējais tilpums mililitros (A.5.1.2.);
- un
- W_{sr} = ekstrakta tilpums mililitros (5.1.1.).
7. *Atkārtojamība*
- Labākā šīs metodes atkārtojamības prognoze (ISO 5725), ja šķīstošā stroncija saturs ir 0,6 % (m/m), ir 0,09 %.

8. *Piezīme*

Induktīvi savienotas plazmas-optiskās emisijas spektrofotometrija ir pieļaujama liesmas atomu absorbcijas spektrometrijas alternatīva.

BENZILSPIRTA PIERĀDĪŠANA UN NOTEIKŠANA KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻOS**A. Pierādīšana**1. *Piemērošanas joma un nozare*

Šī metode ir paredzēta benzilspirta pierādīšanai kosmētikas līdzekļos.

2. *Princips*

Benzilspirtu pierāda plānslāņa hromatogrāfijā uz silikagēla plāksnēm.

3. *Reāģenti*

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem.

3.1. Benzilspirts

3.2. Hloroforms

3.3. Absolūtais etanols

3.4. n-Pentāns

3.5. Attīstīšanas šķīdinātājs: dietilēteris

3.6. Benzilspirta standartšķīdums: 100 ml mērkolbā iesver 0,1 g benzilspirta (3.1.), uzpilda līdz atzīmei ar etanolu (3.3.) un sajauc.

3.7. Stikla plānslāņa hromatogrāfijas plāksnes 100 x 200 mm vai 200 x 200 mm, kas pārklātas ar 0,25 mm silikagēla 60 F₂₅₄ slāni.

3.8. Attīstītājs: 10 % (m/v) 12-molibdēnfosforskābe etanolā (3.3.).

4. *Aprīkojums*

4.1. Plānslāņa hromatogrāfijas standarta aprīkojums.

4.2. Hromatogrāfojas tvertne, kamera ar diviem nodalījumiem, kuru kopējie izmēri ir aptuveni 80 mm x 230 mm x 240 mm

4.3. Hromatogrāfijas papīrs: Vatmans vai līdzvērtīgs

4.4. Ultravioletā lampa ar viļņu garumu 254 nm.

5. *Procedūra*5.1. *Parauga sagatavošana*

1,0 g analizējamā produkta iesver 10 ml mērkolbā. Pievieno 3 ml hloroforma (3.2.) un spēcīgi krata, līdz produkts ir disperģējies. Uzpilda līdz atzīmei ar etanolu (3.3.) un spēcīgi krata, līdz rodas dzidrs vai gandrīz dzidrs šķīdums.

5.2. *Plānslāņa hromatogrāfija*

5.2.1. Hromatogrāfijas tvertni (4.2.) piesātina ar n-pentānu (3.4.); aizmugurējam nodalījumam pieguļošās kameras sienu izklāj ar hromatogrāfijas papīru (4.3.) tā, lai papīra apakšējā mala ir nodalījumā. 25 ml n-pentāna (3.4.) pārnes uz aizmugurējo nodalījumu, lejojot šo šķīdinātāju uz hromatogrāfijas papīra redzamās virsmas. Nekavējoties uzliek vāku un atstāj tvertni uz 15 minūtēm.

5.2.2. Liek 10 µl parauga šķīduma (5.1.) un 10 µl benzilspirta standartšķīduma (3.6.) piemērotos punktos uz plānslāņa hromatogrāfijas plāksnes (3.7.) sākuma līnijas. Ļauj nožūt.

5.2.3. Ar pipeti tvertnes priekšējā nodalījumā iepilina 10 ml dietilētera (3.5.) un tūlīt tajā pašā nodalījumā ieliek plāksni (5.2.2.). Ātri uzliek tvertnei vāku un attīsta plāksni 150 mm garumā. Izņem plāksni no hromatogrāfijas tvertnes un ļauj tai izžūt istabas temperatūrā.

- 5.2.4. Apskata plāksni (5.2.3.) ultravioletā gaismā un atzīmē violeto plankumu stāvokli. Apsmidzina plāksni ar attīstītāju (3.8.) un 15 minūtes karsē 120 °C. Benzilspirts parādās tumšzila plankuma veidā.
- 5.2.5. Aprēķina benzilspirta standartšķiduma R_f vērtību. Tumšzils plankums ar tādu pašu R_f vērtību liecina par benzilspirta klātbūtni.

Pierādīšanas robeža: 0,1 µg benzilspirta

B. Noteikšana

1. Piemērošanas joma un nozare

Šī metode ir paredzēta benzilspirta noteikšanai kosmētikas līdzekļos.

2. Definīcija

Ar šo metodi noteikto benzilspirta daudzumu izsaka masas procentos (% m/m).

3. Princips

Paraugu ekstrahē ar metanolu un benzilspirta daudzumu ekstraktā nosaka augstas izšķirtspējas šķidruma hromatogrāfijā (HPLC).

4. Reāģenti

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem un attiecīgos gadījumos piemērotiem HPLC.

4.1. Metanols

4.2.4. 4-Etoksifenols

4.3. Benzilspirts

4.4. Kustīgā fāze: metanols (4.1.)/ūdens (45: 55; v/v)

4.5. Benzilspirta rezerves šķīdums: 100 ml mērkolbā precīzi iesver aptuveni 0,1 g benzilspirta (4.3.). Uzpilda līdz zīmei ar metanolu (4.1.) un sajauc.

4.6. Iekšējā standarta rezerves šķīdums: 100 ml mērkolbā precīzi iesver aptuveni 0,1 g 4-etoksifenola (4.2.). Uzpilda līdz atzīmei ar metanolu (4.1.) un sajauc.

4.7. Standartšķīdumi: ar pipeti uz vairākām 25 ml mērkolbās saskaņā ar šo turpmāk iekļauto tabulu pārnes benzilspirta rezerves šķīdumu (4.5.) un iekšējā standarta rezerves šķīdumu (4.6.). Uzpilda līdz zīmei ar metanolu (4.1.) un sajauc.

Standartšķīdums	Benzilspirta koncentrācija		4-etoksifenola koncentrācija	
	(4.5.) pievienotais tilpums ml	µg/ml (*)	(4.6.) pievienotais tilpums ml	µg/ml (*)
I	0,5	20	2,0	80
II	1,0	40	2,0	80
III	2,0	80	2,0	80
IV	3,0	120	2,0	80
V	5,0	200	2,0	80

(*) Šīs vērtības atbilst to standartšķīdumu koncentrācijai, kas ir gatavoti, izmantojot benzilspirta šķīdumu (4.5.) un 4-etoksifenola (4.6.) šķīdumu, kurš attiecīgi satur tieši 0,1 % (m/v) benzilspirta un tieši 0,1 % (m/v) 4-etoksifenola.

5. Aprīkojums

5.1. Laboratorijas standarta aprīkojums

5.2. Augstas izšķirtspējas šķidruma hromatogrāfijas iekārta ar maināma viļņu garuma ultravioleto staru detektoru un 10 µl injekcijas cilpu

5.3. Analītiskā kolonna: 250 mm x 4,6 mm nerūsējoša tērauda kolonna, kas pildīta ar 5 µm Spherisorb ODS vai līdzvērtīgu

- 5.4. Ūdens vanna
- 5.5. Ultraskaņas vanna
- 5.6. Centrifūga
- 5.7. Centrifūgas mēģenes, tilpums 15 ml
6. *Procedūra*
- 6.1. Parauga sagatavošana
- 6.1.1. Centrifūgas mēģenē (5.7.) precīzi iesver aptuveni 0,1 g (m gramu) parauga un pievieno 5 ml metanola (4.1.).
- 6.1.2. Karsē 10 minūtes ūdens vannā (5.4.) 50 °C temperatūrā, pēc tam mēģeni liek ultraskaņas vannā (5.5.), līdz paraugs ir pilnīgi disperģēts.
- 6.1.3. Atdziest un 5 minūtes centrifugē ar 3 500 apgriezieniem minūtē.
- 6.1.4. Centrifugātu pārnes uz 25 ml mērkolbu.
- 6.1.5. Atkārtoti ekstrahē paraugu ar 5 ml metanola (4.1.). Ekstraktus apvieno 25 ml mērkolbā.
- 6.1.6. Ar pipeti pārnes 2,0 ml iekšējā standarta rezerves šķīduma (4.6.) uz 25 ml mērkolbu. Uzpilda līdz zīmei ar metanolu (4.1.) un sajauc. Šo šķīdumu izmanto noteikšanā, kas aprakstīta punktā 6.4.
- 6.2. Hromatogrāfija
- 6.2.1. Uzstāda augstas izšķirtspējas šķidrums hromatogrāfijas iekārtu (5.2.). Noregulē kustīgās fāzes (4.4.) plūsmas ātrumu 2,0 ml minūtē.
- 6.2.2. Ultravioleto staru detektora (5.2.) viļņu garumu noregulē uz 210 nm.
- 6.3. Kalibrēšana
- 6.3.1. No katra benzilspirta standartšķīduma (4.7.) iesmidzina 10 µl un izmēra benzilspirta un 4-etoksifenola pīķu laukumus.
- 6.3.2. Katram benzilspirta standartšķīdumam (4.7.) aprēķina benzilspirta un 4-etoksifenola pīķa laukumu attiecību. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, šīs attiecības izmantojot kā ordinātu un attiecīgās benzilspirta koncentrācijas µg uz mililitru kā abscisu.
- 6.4. Noteikšana
- 6.4.1. No katra benzilspirta paraugšķīduma (6.1.6.) iesmidzina 10 µl un izmēra benzilspirta un 4-etoksifenola pīķu laukumus. Aprēķina benzilspirta un 4-etoksifenola pīķu laukumu attiecību. Šo procedūru atkārtoti ar parauga šķīduma 10 µl alikvotām daļām, līdz iegūst konsekventus rezultātus.
- 6.4.2. No kalibrēšanas līknes (6.3.2.) nolasa benzilspirta koncentrāciju, kas atbilst benzilspirta pīķu laukuma attiecībai pret 4-etoksifenola pīķu laukumu.
7. *Aprēķins*
- Aprēķina benzilspirta saturu paraugā un izsaka masas procentos, izmantojot formulu:

$$\% \text{ (m/m) benzilspirta} = \frac{c}{400 \times m}$$

kur:

m = analizējamā parauga (6.1.1.) masa gramos;

un

c = benzilspirta koncentrācija paraugšķīdumā (6.1.6.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes.

8. *Atkārtojamība* ⁽¹⁾

No viena parauga ar 1 % (m/m) benzilspirta saturu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,10 %.

⁽¹⁾ ISO 5725.

CIRKONIJA PIERĀDĪŠANA UN CIRKONIJA, ALUMĪNIJA UN HLORA NOTEIKŠANA PRETSVIEDRU LĪDZEKĻOS, KAS NAV AEROSOLA FORMĀ

Metodei ir piecas stadijas:

- A. Cirkonija pierādīšana
- B. Cirkonija noteikšana
- C. Alumīnija noteikšana
- D. Hlora noteikšana
- E. Alumīnija atomu attiecības pret cirkonija atomiem aprēķināšana, un alumīnija un cirkonija atomu attiecības pret hlora atomiem aprēķināšana.

A. Cirkonija pierādīšana**1. Piemērošanas joma un nozare**

Metode ir paredzēta cirkonija pierādīšanai pretsviedru kosmētikas līdzekļos, kas nav aerosola formā. Nav izdarīti mēģinājumi aprakstīt metodes, kas ir piemērotas alumīnija cirkonija hlorīda hidroksīda kompleksa $[Al_xZr(OH)_yCl_z.nH_2O]$ pierādīšanai.

2. Princips

Cirkoniju pierāda raksturīgas sarkanvioletas nogulsnes, kas rodas ar alizarīnarkano S stipri skābā vidē.

3. Reāģenti

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem.

3.1. Koncentrēta ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sālskābe**3.2. Alizarīnsarkanā S (CI. 58005) šķīdums: 2 % (m/v) nātrija alizarīna sulfonāta ūdens šķīdums.****4. Aprīkojums****4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums****5. Procedūra****5.1. Aptuveni 1 g parauga mēģenē pievieno 2 ml ūdens. Mēģeni noslēdz un krata.****5.2. Pievieno trīs pilienus alizarīnsarkanā S šķīduma (3.2.) un pēc tam 2 ml koncentrētas sālskābes (3.1.). Mēģeni noslēdz un krata.****5.3. Nostādina apmēram divas minūtes.****5.4. Sarkanvioletas uzpeldējums un nogulsnes liecina par cirkonija klātbūtni.****B. Cirkonija noteikšana****1. Piemērošanas joma un nozare**

Šī metode ir piemērota cirkonija noteikšanai alumīnija cirkonija hlorīda hidroksīda kompleksos līdz maksimālajai cirkonija koncentrācijai 7,5 % (m/m) pretsviedru līdzekļos, kas nav aerosola formā.

2. Princips

Cirkoniju ekstrahē no produkta skābā vidē un nosaka, veicot liesmas atomu absorbcijas spektrometriju.

3. Reāģenti

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem.

3.1. Koncentrēta ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sālskābe**3.2. Sālskābes šķīdums, 10 % (v/v): 500 ml ūdens vārglāzē, nepārtaukti maisot, pievieno 100 ml koncentrētas sālskābes (3.1.). Šo šķīdumu pārlej vienlitra mērkolbā un uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni.****3.3. Stroncija rezerves standartšķīdums, 1 000 µg/ml 0,5 M sālskābes šķīdumā ("Spectrosol" vai līdzvērtīgā).**

- 3.4. Alumīnija hlorīds (hidrēts) $[AlCl_3 \cdot 6H_2O]$: reaģents: 22,6 g alumīnija hlorīda heksahidrāta izšķīdina 250 ml 10 % (v/v) sālskābes šķīduma (3.2.).
- 3.5. Amonija hlorīda reaģents: 5,0 g amonija hlorīda izšķīdina 250 ml 10 % (v/v) sālskābes šķīduma (3.2.).
4. *Aprīkojums*
- 4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums
- 4.2. Sildītājs ar magnētisko maisītāju
- 4.3. Filtrpapīrs (Vatmans Nr. 41 vai līdzvērtīgs)
- 4.4. Atomu absorbcijas spektrofotometrs, kas aprīkots ar doba cirkonija katoda lampu
5. *Procedūra*
- 5.1. Parauga sagatavošana
- 5.1.1. Precīzi iesver aptuveni 1,0 g (m gramu) homogēna produkta parauga 150 ml vārglāzē. Pievieno 40 ml ūdens un 10 ml koncentrētas sālskābes (3.1.).
- 5.1.2. Liek vārglāzi uz sildītāja ar magnētisko maisītāju (4.2.). Sāk maisīt un karsē līdz viršanai. Lai novērstu strauju izžūšanu, vārglāzi pārsež ar stiklu. Vāra piecas minūtes, noņem vārglāzi no sildītāja un atdzesē līdz istabas temperatūrai.
- 5.1.3. Vārglāzes saturu caur filtrpapīru (4.3) izfiltrē 100 ml mērkolbā. Vārglāzi izskalo ar divām 10 ml ūdens devām un mazgājumus pēc filtrēšanas pievieno kolbas saturam. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un sajauc. Šo šķīdumu lieto arī alumīnija noteikšanai (C daļa).
- 5.1.4. Ar pipeti uz 50 ml mērkolbu pārnes 20,00 ml paraugšķīduma (5.1.3.), 5,00 ml alumīnija hlorīda reaģenta (3.4.) un 5,00 ml amonija hlorīda reaģenta (3.5.). Uzpilda līdz atzīmei ar 10 % (v/v) sālskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc.
- 5.2. Atomu absorbcijas spektrometrijas apstākļi
- Liesma: slāpekļa oksīda-/acetilēna-
- Viļņu garums: 360,1 nm
- Fona korekcija: nav vajadzīga
- Degšanas apstākļi: bagāta liesma; maksimālai absorbcijai - optimāls degļa garums un degšanas apstākļi.
- 5.3. Kalibrēšana
- 5.3.1. Ar pipeti vairākās 50 ml mērkolbās iepilda attiecīgi 5,00, 10,00, 15,00, 20,00, un 25,00 ml cirkonija rezerves standartšķīduma (3.3.). Ar pipeti katrā mērkolbā iepilda 5,00 ml alumīnija hlorīda reaģenta (3.4.) un 5,00 ml amonija hlorīda reaģenta (3.5.). Uzpilda līdz atzīmei ar 10 % (v/v) sālskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc. Šie šķīdumi satur attiecīgi 100, 200, 300, 400 un 500 µg cirkonija uz mililitru.
- Līdzīgi sagatavo tukšo šķīdumu bez cirkonija standartšķīduma.
- 5.3.2. Izmēra tukšā šķīduma (5.3.1.) absorbciju un iegūto vērtību kalibrēšanas līknē izmanto kā cirkonija nulles koncentrāciju. Izmēra katra cirkonija kalibrēšanas standarta (5.3.1.) absorbciju. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, attiecinot absorbcijas vērtības pret cirkonija koncentrāciju.
- 5.4. Noteikšana
- Izmēra paraugšķīduma (5.1.4.) absorbciju. No kalibrēšanas līknes nolasa cirkonija koncentrāciju, kas atbilst paraugšķīduma absorbcijas vērtībai.
6. *Aprēķins*
- Aprēķina cirkonija saturu paraugā masas procentos (% m/m), izmantojot formulu:

$$\% (m/m) \text{ cirkonija} = \frac{c}{40 \times m}$$

kur:

m = analizējamā parauga (5.1.1.) masa gramos;

un

c = cirkonija koncentrācija paraugšķīdumā (5.1.4.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes.

7. *Atkārtojamība* (¹⁾
No viena parauga ar 3,00 % (m/m) cirkonija saturu divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,10 % (m/m).

8. *Piezīme*
Induktīvi savienotas plazmas - optiskās emisijas spektrometrija ir pieļaujama liesmas atomu absorbcijas spektrometrijas alternatīva.

C. Alumīnija noteikšana

1. *Piemērošanas joma un nozare*
Šī metode ir piemērota alumīnija noteikšanai alumīnija cirkonija hlorīda hidroksīda kompleksos līdz maksimālajai alumīnija koncentrācijai 12 % (m/m) pretsviedru līdzekļos, kas nav aerosola formā.
2. *Princips*
Alumīniju ekstrahē no produkta skābā vidē un nosaka, veicot liesmas atomu absorbcijas spektrometriju.
3. *Reaģenti*
Visiem reaģentiem jābūt analītiski tīriem.
- 3.1. Koncentrēta ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sālsskābe
- 3.2. Sālsskābes šķīdums, 1 % (v/v): 500 ml ūdens vārglāzē, nepārtaukti maisot, pievieno 10 ml koncentrētas sālsskābes (3.1.). Šo šķīdumu pārlej vienlitra mērkolbā un uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni.
- 3.3. Alumīnija rezerves standartsšķīdums, 1 000 µg/ml 0,5 M slāpekļskābes šķīdumā ("SpectrosoL" vai līdzvērtīgā).
- 3.4. Kālija hlorīda reaģents: 10,0 g kālija hlorīda izšķīdina 250 ml 1 % (v/v) sālsskābes šķīduma (3.2.).
4. *Aprīkojums*
- 4.1. Laboratorijas standarta aprīkojums
- 4.2. Atomu absorbcijas spektrofotometrs, kas aprīkots ar doba alumīnija katoda lampu.
5. *Procedūra*
- 5.1. *Parauga sagatavošana*
Alumīnija satura noteikšanai izmanto šķīdumu, kas sagatavots saskaņā ar B.5.1.3.
- 5.1.1. Ar pipeti 100 ml mērkolbā pārnes 5,00 ml paraugšķīduma (B.5.1.3.) un 10,00 ml kālija hlorīda reaģenta (3.4.). Uzpilda līdz atzīmei ar 1 % (v/v) sālsskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc.
- 5.2. *Atomu absorbcijas spektrometrijas apstākļi*
Liesma: slāpekļa oksīda-/acetilēna-
Viļņu garums: 309,3 nm
Fona korekcija: nav vajadzīga
Degšanas apstākļi: bagāta liesma; maksimālai absorbcijai - optimāls degļa garums un degšanas apstākļi.
- 5.3. *Kalibrēšana*
- 5.3.1. 100 ml mērkolbās iepilda attiecīgi 1,00, 2,00, 3,00, 4,00 un 5,00 ml alumīnija rezerves standartsšķīduma (3.3.). Ar pipeti uz katru mērkolbu pārnes 10,00 ml kālija hlorīda reaģenta (3.4.), uzpilda līdz atzīmei ar 1 % (v/v) sālsskābes šķīdumu (3.2.) un sajauc. Šie šķīdumi satur 10, 20, 30, 40 un 50 µg alumīnija uz mililitru.
Līdzīgi sagatavo tukšo šķīdumu bez alumīnija standartsšķīduma.

(¹) ISO 5725.

5.3.2. Izmēra tukšā šķīduma (5.3.1.) absorbciju un iegūto vērtību kalibrēšanas līknē izmanto kā alumīnija nulles koncentrāciju. Izmēra katra alumīnija kalibrēšanas standarta absorbciju. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, attiecinot absorbcijas vērtības pret alumīnija koncentrāciju.

5.4. Noteikšana

Izmēra paraugšķīduma (5.1.1.) absorbciju. No kalibrēšanas līknes nolasa alumīnija koncentrāciju, kas atbilst parauga šķīduma absorbcijas vērtībai.

6. Aprēķins

Aprēķina alumīnija saturu paraugā masas procentos pēc formulas

$$\% \text{ (m/m) alumīnija} = \frac{c}{5 \times m}$$

kur:

m = noteikšanai ņemtā parauga (B.5.1.1.) masa gramos;

un

c = alumīnija koncentrācija paraugšķīdumā (5.1.1.) mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes.

7. Atkārtojamība ⁽¹⁾

No viena parauga ar 3,5 % (m/m) alumīnija saturu divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,10 % (m/m).

8. Piezīme

Induktīvi savienotas plazmas - optiskās emisijas spektrofotometrija ir pieļaujama liesmas atomu absorbcijas spektrometrijas alternatīva.

D. Hlora noteikšana

1. Piemērošanas joma un nozare

Šī metode ir piemērota hlora kā hlorīda jonu noteikšanai alumīnija cirkonija hlorīda hidroksīda kompleksos pretsviedru līdzekļos, kas nav aerosola formā.

2. Princips

Hlorīda jonus produktā nosaka, potenciometriski titrējot ar standarta sudraba nitrāta šķīdumu.

3. Reāģenti

Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem.

3.1. Koncentrēta slāpekļskābe ($d_{20} = 1,42$ g/ml)

3.2. Slāpekļskābes šķīdums, 5 % (v/v): 250 ml ūdens vārglāzē, nepārtraukti maisot, pievieno 25 ml koncentrētas slāpekļskābes (3.1.). Šo šķīdumu pārnes uz 500 ml mērkolbu un uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni.

3.3. Acetons

3.4. Sudraba nitrāts, 0,1 M volumetrisks šķīdums ("AnalAR" vai līdzvērtīgs).

4. Aprīkojums

4.1. Standarta laboratorijas aprīkojums

4.2. Sildītājs ar magnētisko maisītāju

4.3. Sudraba elektrods

4.4. Kalomela standartelektrods

4.5. pH/milivoltmetrs, kas piemērots potenciometriskai titrēšanai

⁽¹⁾ ISO 5725.

5. *Procedūra*
- 5.1. *Parauga sagatavošana*
- 5.1.1. Precīzi iesver aptuveni 1,0 g (m gramu) homogēna produkta parauga 250 ml vārglāzē. Pievieno 80 ml ūdens un 20 ml 5 % (v/v) slāpekļskābes šķīduma (3.2.).
- 5.1.2. Liek vārglāzi uz sildītāja ar magnētisko maisītāju (4.2.). Sāk maisīt un karsē līdz viršanai. Lai novērstu strauju izžūšanu, vārglāzi pārsež ar stiklu. Vāra piecas minūtes, noņem vārglāzi no sildītāja un atdzesē līdz istabas temperatūrai.
- 5.1.3. Pievieno 10 ml acetona (3.3.), iegremdē elektrodus (4.3. un 4.4.) zem šķīduma virsmas un sāk maisīt. Potenciometriski titrē ar 0,1 M sudraba nitrāta šķīdumu (3.4.) un uzzīmē diferenciālu līkni, lai noteiktu līdzsvara punktu (V ml).

6. *Aprēķins*

Aprēķina hlora saturu paraugā masas procentos, izmantojot formulu:

$$\% \text{ (m/m) hlora} = \frac{0,3545 \times V}{m},$$

kur:

m = noteikšanai ņemtā parauga (5.1.1.) masa gramos
un

V = 0,1 M sudraba nitrāta tilpums mililitros, titrējot līdzsvara punktā (5.1.3.).

7. *Atkārtojamība* ⁽¹⁾

No viena parauga ar 4 % (m/m) hlora saturu divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,10 % (m/m).

E. Alumīnija atomu attiecības pret cirkonija atomiem un alumīnija un cirkonija atomu attiecības pret hlora atomiem aprēķins

1. *Alumīnija atomu attiecības pret cirkonija atomiem aprēķins*

Al: Zr attiecību aprēķina pēc formulas:

$$\text{Al : Zr attiecība} = \frac{\text{Al \% (m/m)} \times 91,22}{\text{Zr \% (m/m)} \times 26,98}$$

2. *Alumīnija un cirkonija atomu attiecības pret hlora atomiem aprēķins*

(Al + Zr): Cl attiecību aprēķina pēc formulas:

$$\text{Al : Zr attiecība} = \frac{\frac{\text{Al \% (m/m)}}{26,98} + \frac{\text{Zr \% (m/m)}}{91,22}}{\frac{\text{Cl \% (m/m)}}{35,45}}$$

HEKSAMIDĪNA, DIBROMHEKSAMIDĪNA, DIBROMPROPAMIDĪNA UN HLORHEKSIDĪNA PIERĀDĪŠANA UN NOTEIKŠANA

1. *Piemērošanas joma un nozare*

Ar šo metodi kvantitatīvi un kvalitatīvi nosaka:

- heksamidīnu un tā sāļus, tai skaitā izetionātu un 4- hidroksibenzoātu,
- dibromheksamidīnu un tā sāļus, tai skaitā izetionātu,
- dibrompropamidīnu un tā sāļus, tai skaitā izetionātu,
- hlorheksidīna diacetātu, diglukonātu un dihidrohlorīdu kosmētikas līdzekļos.

2. *Noteikums*

Ar šo metodi noteikto heksamidīna, dibromheksamidīna, dibrompropamidīna un hlorheksidīna koncentrāciju izsaka masas procentos (% m/m).

3. *Princips*

Pierādīšanu un noteikšanu veic jonu pāru apgrieztās fāzes augstas izšķirtspējas šķīduma hromatogrāfijā (HPLC), kam seko ultravioletā spektrofotometrija. Heksamidīnu, dibromheksamidīnu, dibrompropamidīnu un hlorheksidīnu pierāda izdalīšanas laiks hromatogrāfijas kolonnā.

⁽¹⁾ ISO 5725.

4. *Reāģenti*
Visiem reāģentiem jābūt analītiski tīriem un attiecīgos gadījumos piemērotiem *HPLC*.
- 4.1. Metanols
- 4.2. 1-Heptānsulfoskābes nātrija sāls monohidrāts
- 4.3. Ledus etiķskābe ($d_{20} = 1,05$ g/ml)
- 4.4. Nātrija hlorīds
- 4.5. Kustīgās fāzes
- 4.5.1. Šķīdinātājs I: 0,005 M 1-heptānsulfoskābes nātrija sāls monohidrāta (4.2.) šķīdums metanolā (4.1.), kas līdz pH 3,5 koriģēts ar ledus etiķskābi (4.3.).
- 4.5.2. Šķīdinātājs II: 0,005 M 1-heptānsulfoskābes nātrija sāls monohidrāta (4.2.) šķīdums ūdenī, kas līdz pH 3,5 koriģēts ar ledus etiķskābi (4.3.).
- Piezīme:* Ja jāuzlabo pīķu forma, mobilās fāzes var modificēt un gatavot šādi:
- šķīdinātājs I: izšķīdina 5,84 g nātrija hlorīda (4.4.) un 1,1013 g 1-heptānsulfoskābes nātrija sāls monohidrāta (4.2.) 100 ml ūdens. Pievieno 900 ml metanola (4.1.) un ar ledus etiķskābi (4.3.) koriģē līdz pH 3,5,
 - šķīdinātājs II: 5,84 g nātrija hlorīda (4.4.) un 1,1013 g 1-heptānsulfoskābes nātrija sāls monohidrāta (4.2.) izšķīdina viņā litrā ūdens un koriģē ar ledus etiķskābi (4.3.) līdz pH 3,5.
- 4.6. Heksamidīna diizetionāts [$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$]
- 4.7. Dibromheksamidīna diizetionāts [$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$]
- 4.8. Dibrompropamidīna diizetionāts [$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$]
- 4.9. Hlorheksidīna diacetāts [$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$]
- 4.10. Standartšķīdumi: sagatavo attiecīgi visu četru konservantu (4.6. līdz 4.9.) 0,05 % (m/v) šķīdumus šķīdinātājā I (4.5.1.).
- 4.11. 3,4,4' – Trihlorkarbanilīds (triklokarbāns).
- 4.12. 4,4' - Dihlor-3-(trifluormetil)karbanilīds (halokarbāns)
5. *Aprīkojums*
- 5.1. Standarta laboratorijas aprīkojums
- 5.2. Augstas izšķirtspējas šķidruma hromatogrāfs ar maināma viļņu garuma ultravioleto staru detektoru
- 5.3. Hromatogrāfijas kolonna: nerūsejoša tērauda, 30 cm gara, ar 4 mm iekšējo diametru, pildīta ar 10 μ m μ -Bondapak C_{18} vai līdzvērtīgu
- 5.4. Ultraskaņas vanna
6. *Kvalitatīvā noteikšana*
- 6.1. Parauga sagatavošana
Precīzi iesver aptuveni 0,5 g parauga 10 ml mērkolbā un uzpilda līdz atzīmei ar šķīdinātāju I (4.5.1.). Kolbu uz 10 minūtēm ieliek ultraskaņas vannā (5.4.). Šķīdumu centrifugē vai izfiltrē. Filtrātu vai centrifugātu savāc hromatogrāfijai.
- 6.2. Hromatogrāfija
- 6.2.1. Mobilās fāzes gradients

Laiks (min.)	Šķīdinātājs I (% v/v) (4.5.1.)	Šķīdinātājs II (% v/v) (4.5.2.)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

- 6.2.2. Mobilās fāzes (6.2.1.) plūsmas ātrumu noregulē 1,5 ml/min. un kolonnas temperatūru 35 °C.
- 6.2.3. Detektora viļņu garumu noregulē 264 nm.
- 6.2.4. No katra standartšķīduma (4.10.) iesmidzina 10 µl, un reģistrē to hromatogrammas.
- 6.2.5. Iesmidzina 10 µl paraugšķīduma (6.1.) un reģistrē tā hromatogrammu.
- 6.3. Salīdzinot 6.2.5. reģistrētā(o) pīķa(u) izdalīšanas laiku(s) ar to (tiem), kas iegūts(i) attiecībā uz standartšķīdumiem (6.2.4.), pierāda heksamidīna, dibromheksamidīna, dibrompropamidīna vai hlorheksidīna klātbūtni.
7. Noteikšana
- 7.1. Noteikšana
- Standarta šķīdumu gatavošana.
- Izmanto vienu no konservantiem (4.6. līdz 4.9.), kura nav paraugā iekšējā standarta veidā. Ja tas nav iespējams, var izmantot triklokarbānu (4.11.) vai halokarbānu (4.12.).
- 7.1.1. 6.3. pierādītā konservanta 0,05 % (m/v) rezerves šķīdums šķīdinātājā I (4.5.1.).
- 7.1.2. 0,05 % (m/v) rezerves šķīdums konservanta, kas izvēlēts, kā iekšējais standarts šķīdinātājā I (4.5.1.).
- 7.1.3. Katram pierādītajam konservantam sagatavo četrus standartšķīdumus, pārnesot uz vairākām 10 ml mērkolbām attiecīgo konservantu (7.1.1.) rezerves šķīdumus un attiecīgus daudzumus iekšējā standarta rezerves šķīduma (7.1.2.) saskaņā ar tabulu, kas iekļauta šeit turpmāk. Katru kolbu uzpilda līdz atzīmei ar šķīdinātāju I (4.5.1.) un sajauc.

Standartšķīdums	Iekšējā standarta rezerves šķīdums	Pierādītā konservanta rezerves šķīdums	
	(7.1.2.) pievienotie ml	(7.1.1.) pievienotie ml	µg/ml (*)
I	1,0	0,5	25
II	1,0	1,0	50
III	1,0	1,5	75
IV	1,0	2,0	100

(*) Šīs vērtības atbilst pierādīto konservantu koncentrācijai standartšķīdumos, kas ir gatavoti, izmantojot rezerves šķīdumu, kas satur tieši 0,05 % pierādītā konservanta.

- 7.2. Parauga sagatavošana
- 7.2.1. Precīzi iesver aptuveni 0,5 g (p gramus) parauga 10 ml mērkolbā, pievieno 1,0 ml iekšējā standarta šķīduma (7.1.2.) un 6 ml šķīdinātāja I (4.5.1.) un sajauc.
- 7.2.2. Kolbu uz 10 minūtēm ieliek ultraskaņas vannā (5.4). Atziesē. Uzpilda līdz atzīmei ar šķīdinātāju I un sajauc. Centrifugē vai filtrē caur kroku filtrpapīru. Savāc attiecīgi centrifugātu vai filtrātu hromatogrāfijai.
- 7.3. Hromatogrāfija
- 7.3.1. Noregulē mobilās fāzes gradientu, plūsmas ātrumu, kolonnas temperatūru un HPLC iekārtas (5.2.) detektora viļņu garumu atbilstīgi nosacījumiem pierādīšanas stadijā (6.2.1. līdz 6.2.3.).
- 7.3.2. Iesmidzina 10 µl paraugšķīduma (7.2.2.) un izmēra pīķu laukumus. Šo procedūru atkārto ar parauga šķīduma 10 µl alikvotām daļām, līdz iegūst konsekventus rezultātus. Aprēķina tā pīķa laukuma, kas radies no analizējamā savienojuma, attiecību pret tā pīķa laukumu, ko rada iekšējais standarts.
- 7.4. Kalibrēšana
- 7.4.1. Iesmidzina 10 µl no katra standartšķīduma (7.1.3.) un izmēra pīķu laukumus.
- 7.4.2. Atbilstīgi katram standartšķīdumam (7.1.3.) aprēķina heksamidīna, dibromheksamidīna, dibrompropamidīna vai hlorheksidīna pīķu laukuma attiecību pret iekšējā standarta pīķu laukumu. Uzzīmē kalibrēšanas līkni, šīs attiecības izmantojot par ordinātu un attiecīgās kvalitatīvi noteiktā konservanta koncentrācijas standartšķīdumos mikrogramos uz mililitru - par abscisu.
- 7.4.3. No kalibrēšanas līknes (7.4.2.) nolasa pierādītā konservanta koncentrāciju, kas atbilst pīķu laukumu attiecībai, kas aprēķināta saskaņā ar 7.3.2.

8. *Aprēķins*
- 8.1. Aprēķina heksamidīna, dibromheksamidīna, dibrompropamidīna vai hlorheksidīna saturu paraugā masas procentos, izmantojot formulu:

$$\% (m/m) = \frac{c}{1000 \times p} \times \frac{MW_1}{MW_2},$$

kur:

p = parauga (7.2.1.) masa gramos;

c = konservanta koncentrācija paraugšķīdumā mikrogramos uz mililitru, ko nosaka pēc kalibrēšanas līknes;

MW_1 = konservanta pamatformas molekulārais svars;

un

MW_2 = attiecīgā sāls molekulārais svars (skatīt 10. punktu).

9. *Atkārtojamība* ⁽¹⁾
- No viena parauga ar 0,1 % (m/m) heksamidīna, dibromheksamidīna, dibrompropamidīna vai hlorheksidīna saturu divās paralēlās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,005 %.
10. *Molekulāro svaru tabula*

Heksamidīns	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Heksamidīna diizetionāts	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	606,72
Heksamidīna di-p-hidroksibenzoāts	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_7H_6O_3$	630,71
Dibromheksamidīns	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Dibromheksamidīna diizetionāts	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	764,51
Dibrompropamidīns	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$	470,18
Dibrompropamidīna diizetionāts	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	722,43
Hlorheksidīns	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$	505,45
Hlorheksidīna diacetāts	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$	625,56
Hlorheksidīna diglukonāts	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_6H_{12}O_7$	897,76
Hlorheksidīna dihidrohlorīds	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$	578,37

⁽¹⁾ ISO 5725.